

ČESKOSLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA  
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

## 233420

(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>

G 07 D 471/22

(22) Přihlášeno 10 03 83  
(21) (PV 1671-83)

(40) Zveřejněno 17 07 84

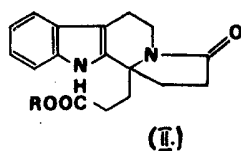
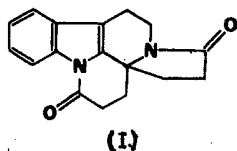
(45) Vydáno 15 08 86

(75)  
Autor vynálezu

HÁJÍČEK JOSEF ing. CSc., BOROEVANY, TROJÁNEK JAN dr. ing. CSc., PRAHA

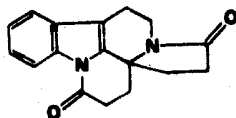
### (54) Způsob výroby pentacyklického dilaktamu

Vynález se týká způsobu výroby pentacyklického dilaktamu vzorce I z tetra-  
cyklických laktamů obecného vzorce II,



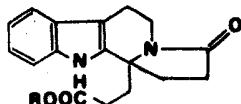
kde R značí atom vodíku nebo alkyl s 1 až 4 atomy uhlíku, působením kyseliny tri-  
fluoroctové, případně v přítomnosti dio-  
xanu.

Vynález se týká způsobu výroby pentacyklického dilaktamu vzorce I



(I),

Sloučenina vzorce I je známá a představuje důležitý meziprodukt při výrobě látek s biologickou účinností. Podle známého způsobu (čs. autorské osvědčení č. 230 345) se vyrábí cyklizací tetracyklických laktamů obecného vzorce II



(II),

ve kterém R značí alkyl s 1 až 4 atomy uhlíku, účinkem silné báze, např. hydridem sodným nebo T-butoxidem sodným. Nevýhodou tohoto postupu je práce s nebezpečnými silně bazickými činidly, jejichž použití v průmyslu je spojeno se značným rizikem.

Uvedenou nevýhodu tohoto postupu odstraňuje způsob výroby podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se tetracyklické laktamy obecného vzorce II (čs. autorské osvědčení č. 224980, 224981, 830345, ve kterém R značí atom vodíku nebo alkyl s 1 až 4 atomy uhlíku, nechají reagovat s kyselinou trifluorocetovou, případně v přítomnosti organického rozpouštědla, jako např. dioxanu.

Následující příklady ilustrují, svědek nikterak neomezují obecnost způsobu výroby podle vynálezu.

#### P ř í k l a d 1

Roztok 0,66 g (2,1 mmol) tetracyklického laktamu (II: R = CH<sub>3</sub>) ve 20 ml kyseliny trifluorocetové se ponechá stát za občasného promíchání při teplotě místnosti. Po 8 dnech, kdy dle TLC již není přítomna výchozí látka, se směs zahustí za sníženého tlaku a ke zbytku se přidá 10 ml 5% vodného amoniaku. Chloroformové výtřepy (30 a 10 ml) se spojí a po vysušení síranem sodným se odpaří na rotační vakuové odparce. Odparek se krystaluje z etyl-acetátu. Získá se 0,46 g (77,8 %) dilaktamu I s teplotou tání 160 až 162 °C.

#### P ř í k l a d 2

Roztok 1,72 g (5,77 mmol) laktam-kyseliny (II: R = H) v 50 ml kyseliny trifluorocetové se za občasného promíchání ponechá stát při 20 °C 4 h a potom se přebytek činidla oddestiluje. Zbytek poskytne krystalizací z etyl-acetátu 1,43 g, tj. 88,5 % dilaktamu I, t. t. 161 až 162,5 °C.

#### P ř í k l a d 3

Postupem podle příkladu 1 se z 0,36 g (1,0 mmol) tetracyklického laktamu (II: R = CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>) v 10 ml kyseliny trifluorocetové při teplotě 40 °C vyrobí 0,19 g (67,8 %) dilaktamu I.

## Příklad 4

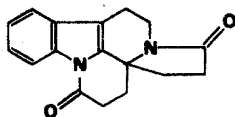
Směs 0,59 g (1,8 mmol) tetracyklického laktamu (II: R = CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>), 5 ml kyseliny trifluoroctové a 35 ml dioxanu se ponechá reagovat při teplotě 60 °C, dokud dle TLC nevymizí výchozí látka. Reakční směs se potom zpracuje postupem podle příkladu 1. Získá se 0,36 g dilaktamu I.

## Příklad 5

Směs 0,27 g (0,9 mmol) laktam-kyseliny (II: R = H), 3 ml kyseliny trifluoroctové a 25 ml dioxanu se udržuje při teplotě 55 °C a průběh reakce se sleduje metodou TLC. Zpracování reakční směsi podle příkladu 2 se vyrobí 0,22 g dilaktamu I.

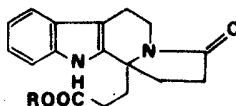
## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby pentacyklického dilaktamu vzorce I



(I),

vysnačený tím, že se tetracyklické laktamy obecného vzorce II,



(II),

ve kterém R značí atom vodíku nebo alkyl s 1 až 4 atomy uhlíku, nechají reagovat s kyselinou trifluoroctovou, případně v přítomnosti organického rozpouštědla, jako např. dioxanu.